

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(МГС)  
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(ISC)

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
EN 16343—  
2016

---

## ПРОДУКЦИЯ КОСМЕТИЧЕСКАЯ

### Определение содержания 3-йодо-2- пропинилбутилкарбамата (IPBC) методами жидкостной хроматографии и масс-спектрометрии

(EN 16343:2013, Cosmetics — Analysis of cosmetic products — Determination of  
3-iodo-2-propynyl butylcarbamate (IPBC) in cosmetic preparations, LC-MS methods,  
IDT)

Издание официальное

Москва  
Российский институт стандартизации  
2024

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования (протокол от 27 июля 2016 г. № 89-П)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации            |
|-----------------------------------------------------|------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------|
| Армения                                             | AM                                 | ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения |
| Беларусь                                            | BY                                 | Госстандарт Республики Беларусь                                            |
| Грузия                                              | GE                                 | Грузстандарт                                                               |
| Казахстан                                           | KZ                                 | Госстандарт Республики Казахстан                                           |
| Киргизия                                            | KG                                 | Кыргызстандарт                                                             |
| Молдова                                             | MD                                 | Молдова-Стандарт                                                           |
| Россия                                              | RU                                 | Росстандарт                                                                |
| Таджикистан                                         | TJ                                 | Таджикстандарт                                                             |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 апреля 2024 г. № 423-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 16343—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2025 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 16343:2013 «Косметика. Анализ косметической продукции. Определение 3-йод-2-пропинил бутилкарбамата (IPBC) в косметических средствах, методы жидкостной хроматографии с массовой спектрометрией» («Cosmetics — Analysis of cosmetic products — Determination of 3-iodo-2-propynyl butylcarbamate (IPBC) in cosmetic preparations, LC-MS methods», IDT).

Европейский стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 392 «Косметика» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

**Содержание**

|                                                                           |   |
|---------------------------------------------------------------------------|---|
| 1 Область применения . . . . .                                            | 1 |
| 2 Сущность метода . . . . .                                               | 1 |
| 3 Реактивы . . . . .                                                      | 1 |
| 4 Оборудование . . . . .                                                  | 2 |
| 5 Проведение испытаний . . . . .                                          | 2 |
| 5.1 Подготовка пробы . . . . .                                            | 2 |
| 5.2 Условия жидкостной хроматографии . . . . .                            | 3 |
| 5.3 Обнаружение . . . . .                                                 | 3 |
| 6 Обработка результатов . . . . .                                         | 3 |
| 6.1 Качественное и количественное определение . . . . .                   | 3 |
| 6.2 Вычисления . . . . .                                                  | 4 |
| 7 Протокол испытания . . . . .                                            | 4 |
| Приложение А (справочное) Результаты межлабораторного испытания . . . . . | 5 |
| Библиография . . . . .                                                    | 6 |

**ПРОДУКЦИЯ КОСМЕТИЧЕСКАЯ****Определение содержания 3-йодо-2-пропинилбутилкарбамата (IPBC)  
методами жидкостной хроматографии и масс-спектрометрии**

Products cosmetic. Determination of 3-iodo-2-propynyl butylcarbamate (IPBC) content  
by LC-MS methods

Дата введения — 2025—01—01  
с правом досрочного применения

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает метод количественного определения 3-йодо-2-пропинилбутилкарбамата (IPBC), используемого в косметической продукции в качестве консерванта, при его содержании в диапазоне от 0,005 до 0,1 г/100 г.

**2 Сущность метода**

IPBC экстрагируют из косметической продукции, используя метанол. IPBC, присутствующий в экстракте пробы, отделяют методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с масс-селективным детектированием (LC-MS) или жидкостной хроматографии с tandemной масс-спектрометрией (LC-MS/MS). Количественное определение IPBC осуществляют методом калибровки с использованием внешнего стандарта или методом стандартных добавок.

**3 Реактивы****3.1 Общие требования**

Если не указано иное, используют только реактивы аналитической или более высокой степени чистоты; используемая вода должна быть дистиллированной или соответствующей ей по чистоте. «Раствором» следует считать водный раствор, если не указано иное.

**3.2 Йодопропинилбутилкарбамат**, номер CAS: 55406-53-6 (поставщик: Sigma-Aldrich<sup>1)</sup> (521949), Dr. Ehrenstorfer GmbH<sup>1)</sup> (C 14335000)).

**3.3 Метанол** для ВЭЖХ, номер CAS: 67-56-1.

**3.4 Муравьиная кислота**, номер CAS: 64-18-6.

**3.5 Тетрагидрофуран (THF)**, номер CAS: 109-99-9.

**3.6 Пропан-2-ол**, номер CAS: 67-63-0.

**3.7 Подвижные фазы (элюенты)**

**3.7.1 Элюент А:** 1 см<sup>3</sup> муравьиной кислоты (3.4) смешивают с 1000 см<sup>3</sup> воды.

**3.7.2 Элюент В:** метанол (3.3).

<sup>1)</sup> Пример пригодной продукции, имеющейся в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой данной продукции со стороны CEN. Аналогичная продукция может использоваться, если подтверждено, что она обеспечивает получение таких же результатов.

**3.8 Основной раствор IPBC** концентрацией  $c = 1 \text{ мг/см}^3$ .

Взвешивают приблизительно 0,05 г IPBC (3.2) в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Вначале разбавляют небольшим количеством метанола (3.3), затем добавляют метанол до метки. Срок хранения раствора в холодильной камере 8 нед.

**3.9 Калибровочные растворы (стандартные растворы)**

Аликвотную часть основного раствора объемом 5,0 см<sup>3</sup> (3.8) переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и добавляют метанол (3.3) до метки ( $c = 0,1$  или 100 мкг/см<sup>3</sup>). Из полученного раствора путем разбавления приготавливают 5 или более растворов с концентрацией IPBC от  $c = 0,05 \text{ мкг/см}^3$  до  $c = 1,0 \text{ мкг/см}^3$ . Срок хранения растворов в холодильной камере 8 нед. Примеры разбавлений приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Калибровочные растворы

| Номер | Калибровочный раствор                                                                                   | Разбавление | Концентрация, мкг/см <sup>3</sup> |
|-------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|-----------------------------------|
| 3.9   | Аликвотная часть основного раствора объемом 5,0 см <sup>3</sup> по 3.8 разбавляют до 50 см <sup>3</sup> | 1:10        | 100                               |
| 3.10  | 10 см <sup>3</sup> раствора по 3.9 разбавляют до 100 см <sup>3</sup>                                    | 1:100       | 10                                |
| 3.11  | 10 см <sup>3</sup> раствора по 3.10 разбавляют до 100 см <sup>3</sup>                                   | 1:1000      | 1                                 |
| 3.12  | 4 см <sup>3</sup> раствора по 3.10 разбавляют до 50 см <sup>3</sup>                                     | 1:1250      | 0,8                               |
| 3.13  | 5 см <sup>3</sup> раствора по 3.10 разбавляют до 100 см <sup>3</sup>                                    | 1:1200      | 0,5                               |
| 3.14  | 10 см <sup>3</sup> раствора по 3.11 разбавляют до 50 см <sup>3</sup>                                    | 1:5000      | 0,2                               |
| 3.15  | 5 см <sup>3</sup> раствора по 3.11 разбавляют до 50 см <sup>3</sup>                                     | 1:10 000    | 0,1                               |

**4 Оборудование****4.1 Стандартное лабораторное оборудование**

**4.2 Мембранный фильтр** в виде одноразового шприцевого фильтра с размером отверстий 0,2 мкм<sup>1)</sup>.

**4.3 Высокоэффективный жидкостный хроматограф**, пригодный для градиентного элюирования, с масс-детектором.

**4.4 Аналитическая разделительная колонка**, имеющая следующие параметры: фаза RP 18, 5 мкм, 150 мм × 2 мм, Zorbax, Spherisorb, Phenomenex-Luna или аналогичные. Если используется предколонка, она должна иметь такие же аналитические характеристики, как и разделительная колонка.

**5 Проведение испытаний****5.1 Подготовка пробы**

Взвешивают 200 мг пробы с точностью до 0,1 мг в мерную колбу вместимостью 20 см<sup>3</sup> (или вместимостью 50 см<sup>3</sup>). Добавляют 1,5 см<sup>3</sup> тетрагидрофурана (3.5) и встряхивают. Добавляют 10 см<sup>3</sup> метанола (3.3) и помещают колбу на 5 мин в ультразвуковую баню при комнатной температуре с целью растворения или суспендирования. Затем охлаждают до комнатной температуры и добавляют до метки метанол (3.3). Раствор пробы разбавляют метанолом (3.3) в соотношении 1:10, фильтруют через мембранный фильтр (4.2), а затем анализируют посредством LC-MS или LC-MS/MS.

Для плохо растворимых или суспендируемых матриц рекомендуется частично растворять пробу путем добавления 2 см<sup>3</sup> пропан-2-ола (3.6) взамен тетрагидрофурана (3.5) или перемешиванием ее с помощью магнитной мешалки в течение 30 мин перед обработкой в ультразвуковой бане.

<sup>1)</sup> Круговые испытания были проведены с использованием фильтра с размером отверстий 0,2 мкм.

## 5.2 Условия жидкостной хроматографии

При использовании хроматографа (4.3) и колонки (4.4) следующие условия являются наиболее подходящими (см. таблицу 2):

Таблица 2 — Градиентная программа

| Время, мин | Доля элюента А, % | Доля элюента В, % |
|------------|-------------------|-------------------|
| 0          | 85                | 15                |
| 8          | 10                | 90                |
| 12         | 10                | 90                |
| 13         | 85                | 15                |
| 25         | 85                | 15                |

Колонка: фаза RP 18,5 мкм, 150 × 2 мм.

Объем впрыскиваемой пробы: 1—10 мкл.

Скорость потока: 0,2 см<sup>3</sup>/мин.

Температура колоночного термостата: 25 °С.

## 5.3 Обнаружение

### 5.3.1 Общие требования

Качественное и количественное определение может быть выполнено путем оценки следовых количеств IPBC или фрагментарных ионов. Чтобы избежать заниженных результатов из-за образования аддукта в режиме мониторинга множественных реакций (MRM) метода ионизации электрораспылением (ESI), ионизацию следует проводить химическим методом при атмосферном давлении (APCI).

### 5.3.2 MS-детектирование в режиме мониторинга селективных ионов (SIM)

Следовые количества:  $m/z$  282  $[M + H]^+$  и  $m/z$  304  $[M + Na]^+$ .

Оценка основывается на полном ионном потоке (из суммы двух масс).

### 5.3.3 MS-детектирование в режиме мониторинга множественных реакций (MRM)

Положительно заряженный молекулярный ион: 282  $[M + H]^+$ .

Фрагментарный ион 1: 57.

Фрагментарный ион 2: 165.

Оценка основывается на наиболее чувствительном фрагментарном ионе.

Поскольку анализируемое вещество может образовывать аддукты с ионами натрия, заниженные результаты можно получить, если большое количество ионов натрия присутствует в пробе. Поэтому при использовании метода ионизации электрораспылением (ESI) для получения достоверных результатов количественного определения необходимо введение стандартной добавки в режиме мониторинга множественных реакций (MRM). При введении стандартной добавки содержание добавленного IPBC не должно превышать предполагаемое содержание его в пробе.

## 6 Обработка результатов

### 6.1 Качественное и количественное определение

IPBC определяют путем сравнения времени удерживания пробы с временем удерживания калибровочных растворов.

Количественное определение анализируемого вещества осуществляют на основании калибровочной кривой или с помощью метода стандартной добавки. Калибровочные растворы хроматографируют в условиях, указанных в 5.2. Концентрацию IPBC рассчитывают посредством линейной регрессии на основании полученных площадей пиков.

## 6.2 Вычисления

Содержание консерванта (IPBC)  $w$ , г/100 г, в пробе вычисляют по формуле

$$w = \frac{c \cdot V \cdot 100 \cdot F}{m \cdot 1000 \cdot 1000}, \quad (1)$$

где  $w$  — содержание IPBC, г/100 г;

$c$  — концентрация IPBC в растворе пробы, определенная по калибровочной кривой, мкг/см<sup>3</sup>;

$m$  — исходная масса пробы, г;

$V$  — объем испытуемого раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$F$  — коэффициент разбавления (в случае разбавления).

Результат выражается в граммах на 100 г с округлением до третьего десятичного знака.

## 7 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- a) сведения, необходимые для идентификации пробы (вид, состав и наименование пробы);
- b) ссылку на настоящий стандарт;
- c) наименование лаборатории, проводившей испытание;
- d) дату и метод отбора пробы (если это известно);
- e) дату поступления пробы и выдачи результатов испытания;
- f) дату проведения испытания;
- g) результаты испытания и единицы измерений, в которых они выражены;
- h) обоснование отклонений от метода данного стандарта;
- i) операции, не указанные в методе или рассматриваемые как дополнительные, которые могли бы повлиять на результаты.

**Приложение А**  
**(справочное)**

**Результаты межлабораторного испытания**

Метод настоящего стандарта разработан рабочей группой «Косметика» Немецкой федеральной организации по защите потребителей и безопасности пищевой продукции (BVL) с целью реализации требований раздела 64 Кодекса по пищевым продуктам и кормам (LFGB). Он был протестирован при проведении межлабораторных испытаний, в которых приняли участие 13 лабораторий.

Следующие статистические данные, представленные в таблице А.1, были определены для крема и геля для душа при проведении межлабораторных испытаний с участием 13 лабораторий, применивших метод внешнего стандарта для количественного анализа.

Т а б л и ц а А.1 — Статистические данные межлабораторных испытаний

| Параметры                                                | Метод LC-MS. Содержание IPBC, г/100 г |       |
|----------------------------------------------------------|---------------------------------------|-------|
|                                                          | Гель для душа                         | Крем  |
| Количество лабораторий, участвовавших в испытаниях       | 13                                    | 13    |
| Количество выбросов                                      | 3                                     | 2     |
| Количество лабораторий после исключения выбросов         | 10                                    | 11    |
| Среднее значение $\bar{x}$ , г/100 г                     | 0,013                                 | 0,019 |
| Повторяемость $r$ , г/100 г                              | 0,003                                 | 0,003 |
| Стандартное отклонение повторяемости $s_r$ , г/100 г     | 0,001                                 | 0,001 |
| Воспроизводимость $R$ , г/100 г                          | 0,006                                 | 0,005 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $s_R$ , г/100 г | 0,002                                 | 0,002 |
| Выход, %                                                 | 101,4                                 | 103,7 |

### Библиография

- [1] Frauen M., Steinhart H., Rapp C., Hintze U. (2001): Rapid quantification of iodopropynyl butylcarbamate as the preservative in cosmetic formulations using high-performance liquid chromatography-electrospray mass spectrometry. J Pharm Biomed Anal. 25 (5—6): 965—70

(Экспресс-метод количественного определения йодопропина бutilкарбамата в качестве консерванта в косметических препаратах с использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрией)

---

УДК 665.57/.58:543.544.5(083.74)

МКС 71.100.70

IDT

Ключевые слова: продукция косметическая, определение содержания 3-йодо-2-пропинилбутил-карбамата (IPBC) методами жидкостной хроматографии и масс-спектрометрии

---

Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *М.И. Першина*  
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 08.04.2024. Подписано в печать 11.04.2024. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$ . Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»  
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,  
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)